

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出 願 年 月 日
Date of Application:

2002年12月18日

出 願 番 号
Application Number:

特願2002-367056

[ST.10/C]:

[JP2002-367056]

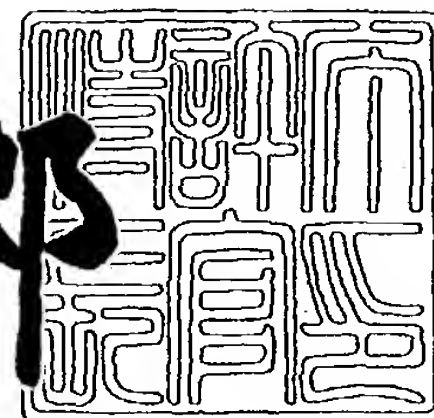
出 願 人
Applicant(s):

宇宙科学研究所長

2003年 3月 7日

特 許 庁 長 官
Commissioner,
Japan Patent Office

太田信一郎



出証番号 出証特2003-3014448

【書類名】 特許願

【整理番号】 U2002P151

【特記事項】 特許法第 3 0 条第 1 項の規定の適用を受けようとする特
許出願

【提出日】 平成14年12月18日

【あて先】 特許庁長官 太田 信一郎 殿

【国際特許分類】 G01N 13/00

【発明の名称】 導電性融液中の拡散係数計測方法及び導電性融液中の拡
散係数計測装置

【請求項の数】 14

【発明者】

 【住所又は居所】 神奈川県相模原市由野台 3 - 1 - 1 宇宙科学研究所内

 【氏名】 稲富 裕光

【発明者】

 【住所又は居所】 神奈川県相模原市由野台 3 - 1 - 1 宇宙科学研究所内

 【氏名】 栗林 一彦

【特許出願人】

 【識別番号】 391012693

 【氏名又は名称】 宇宙科学研究所長 松尾 弘毅

【代理人】

 【識別番号】 100072051

 【弁理士】

 【氏名又は名称】 杉村 興作

【選任した代理人】

 【識別番号】 100059258

 【弁理士】

 【氏名又は名称】 杉村 暁秀

【提出物件の目録】

 【物件名】 明細書 1

特 2 0 0 2 - 3 6 7 0 5 6

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9710141

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 導電性融液中の拡散係数計測方法及び導電性融液中の拡散係数計測装置

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 組成成分が相異なる 2 つの導電性固体材料を、これら導電性固体材料の軸方向が前記導電性固体材料に加わる重力の方向と略平行となるように接合する工程と、

前記 2 つの導電性固体材料を、前記重力方向と略垂直となるように静磁場を印加した状態において加熱溶融して、組成成分が相異なる 2 つの導電性融液を形成する工程と、

前記 2 つの導電性融液を所定時間保持した後において冷却し、固化させる工程と、

を具えることを特徴とする、導電性融液中の拡散係数計測方法。

【請求項 2】 前記導電性融液を保持した状態において、前記導電性融液の高さを h 、前記導電性融液の幅を w とした場合において、 w/h 比を $1/5$ 以下としたことを特徴とする、請求項 1 に記載の導電性融液中の拡散係数計測方法。

【請求項 3】 前記導電性融液は、非導電性容器内に保持することを特徴とする、請求項 1 又は 2 に記載の導電性融液中の拡散係数計測方法。

【請求項 4】 前記非導電性容器はグラファイトから構成することを特徴とする、請求項 3 に記載の導電性融液中の拡散係数計測方法。

【請求項 5】 前記静磁場の大きさが 1 T 以上であることを特徴とする、請求項 1 ～ 4 のいずれか一に記載の導電性融液中の拡散係数計測方法。

【請求項 6】 前記 2 つの導電性融液を $20^\circ\text{C}/\text{分}$ 以上の冷却速度で急冷することを特徴とする、請求項 1 ～ 5 のいずれか一に記載の導電性融液中の拡散係数計測方法。

【請求項 7】 前記導電性融液は $\text{In}-\text{Sn}$ 融液であることを特徴とする、請求項 1 ～ 6 のいずれか一に記載の導電性融液中の拡散係数計測方法。

【請求項 8】 組成成分が相異なる 2 つの導電性固体材料を、これら導電性固体材料の軸方向が前記導電性固体材料に加わる重力の方向と略平行となるように接

合した状態において加熱溶融して、組成成分が相異なる 2 つの導電性融液を形成するための加熱手段と、

前記導電性融液を保持するための保持手段と、

前記導電性融液に対して前記重力方向と略垂直となるように静磁場を印加するための磁場印加手段と、

を具えることを特徴とする、導電性融液中の拡散係数計測装置。

【請求項 9】 前記保持手段により、前記導電性融液の高さを h 、前記導電性融液の幅を w とした場合において、 w/h 比が $1/5$ 以下となるように前記導電性融液を保持したことを特徴とする、請求項 8 に記載の導電性融液中の拡散係数計測装置。

【請求項 10】 前記保持手段は、非導電性容器であることを特徴とする、請求項 8 又は 9 に記載の導電性融液中の拡散係数計測装置。

【請求項 11】 前記非導電性容器はグラファイトから構成することを特徴とする、請求項 10 に記載の導電性融液中の拡散係数計測装置。

【請求項 12】 前記磁場印加手段は、前記導電性融液に対して 1 T 以上の静磁場を印加することを特徴とする、請求項 8 ～ 11 のいずれか一に記載の導電性融液中の拡散係数計測装置。

【請求項 13】 前記磁場印加手段は、超伝導磁石であることを特徴とする、請求項 12 に記載の導電性融液中の拡散係数計測装置。

【請求項 14】 前記導電性融液は $In-Sn$ 融液であることを特徴とする、請求項 8 ～ 13 のいずれか一に記載の導電性融液中の拡散係数計測装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、製鋼、金属鑄造・精錬、及び半導体作製技術などの分野において好適に用いることのできる、導電性融液中の拡散係数計測方法及び拡散係数計測装置に関する。

【0002】

【従来の技術】

製鋼、金属鑄造・精錬、及び半導体作製技術などの分野における材料プロセスにおいては、導電性融液中の拡散係数は高品質な材料を作製する上からも重要なパラメータの一つである。しかしながら、従来においては、前記拡散係数を高精度に計測する技術は確立されておらず、場当たりの種々の条件を設定することによって目的とする材料を作製していた。したがって、重要なパラメータの一つである拡散係数を考慮した画一的な作製条件を設定することが求められている。

【 0 0 0 3 】

【発明が解決しようとする課題】

本発明は、導電性融液中の拡散係数を高精度に計測することができる方法及び装置を提供することを目的とする。

【 0 0 0 4 】

【課題を解決するための手段】

上記目的を達成すべく、本発明は、

組成成分が相異なる 2 つの導電性固体材料を、これら導電性固体材料の軸方向が前記導電性固体材料に加わる重力の方向と略平行となるように接合する工程と、

前記 2 つの導電性固体材料を、前記重力方向と略垂直となるように静磁場を印加した状態において加熱溶融して、組成成分が相異なる 2 つの導電性融液を形成する工程と、

前記 2 つの導電性融液を所定時間保持した後において冷却し、固化させる工程と、

を具えることを特徴とする、導電性融液中の拡散係数計測方法に関する。

【 0 0 0 5 】

また、本発明は、

組成成分が相異なる 2 つの導電性固体材料を、これら導電性固体材料の軸方向が前記導電性固体材料に加わる重力の方向と略平行となるように接合した状態において加熱溶融して、組成成分が相異なる 2 つの導電性融液を形成するための加熱手段と、

前記導電性融液を保持するための保持手段と、

前記導電性融液に対して前記重力方向と略垂直となるように静磁場を印加するための磁場印加手段と、

を具えることを特徴とする、導電性融液中の拡散係数計測装置に関する。

【0006】

本発明においては、2つの導電性固体材料を重力方向に沿って接合して保持し、この状態を保持しながら前記重力方向と略垂直に静磁場を印加した状態で、前記2つの導電性固体材料を加熱溶融して、2つの導電性融液を互いに接触した状態において形成し、所定時間保持した後冷却するようにしている。したがって、前述した保持過程において、前記導電性融液内における対流を効果的に抑制することができ、前記2つの導電性融液同士の拡散を高精度の実行できるようになる。したがって、前記2つの導電性融液同士の本来的な拡散係数を高精度に計測することができるようになる。

【0007】

なお、本発明の好ましい態様においては、前記導電性融液を保持した状態において、前記導電性融液の高さを h 、前記導電性融液の幅を w とした場合において、 w/h 比を $1/5$ 以下とする。すなわち、前記導電性融液の幅をその高さ（長さ）に対して十分に小さくしているので、前記導電性融液中における対流をさらに効果的に抑制することができ、前記導電性融液同士の拡散係数をより高精度に計測できるようになる。

【0008】

また、本発明の他の好ましい態様においては、前記導電性融液を非導電性容器内に保持する。これによって、前記導電性融液と容器との間における熱起電力の発生を効果的に抑制することができ、互いに接触する前記2つの導電性融液同士の、熱起電力差に起因した対流の発生を効果的に抑制することができるようになる。

【0009】

【発明の実施の形態】

以下、本発明を発明の実施の形態に基づいて詳細に説明する。

図1は、本発明の導電性融液中の拡散係数計測装置の一例を概略的に示す構成

図であり、図 2 は、図 1 に示す計測装置において導電性融液が充填された容器部分を拡大して示す構成図である。

【0 0 1 0】

図 1 に示すように、本発明の導電性融液中の拡散係数計測装置においては、加熱炉 1 3 の中心部分に石英ガラス製の反応容器 1 1 を設置するとともに、加熱炉 1 3 内において反応容器 1 1 の周囲を覆うようにしてハロゲンランプ 1 2 が配置されている。組成成分が相異なる 2 つの導電性固体材料が充填された容器 1 は、反応容器 1 1 内において、加熱炉 1 3 の略中心部に位置するように固定されている。なお、反応容器 1 1 は、円筒形の超伝導磁石 2 0 内に配置され、容器 1 に対して垂直な磁場が印加されるように構成されている。

【0 0 1 1】

容器 1 の上部には熱電対 1 5 が設けられており、コントローラ 1 7 において容器 1 内の温度を監視するようにしている。また、ハロゲンランプ 1 2 には電源 1 6 から所定の電力が供給され、容器 1 内の導電性固体材料をハロゲンランプ 1 2 からの輻射と反射板 1 9 による反射とによって加熱するように構成されている。電源 1 6 からの出力はコントローラ 1 7 によって監視され、熱電対 1 5 による温度監視と伴って、容器 1 内部を所望する温度まで適切に加熱できるように構成されている。また、反応容器 1 1 内は図示しない真空ポンプによって排気され、前記導電性固体材料を加熱溶融した際において不純物が混入するのを防止している。

【0 0 1 2】

なお、反応容器 1 1 の上部にはバルブ 1 8 を介したパージラインが設けられており、実験終了後においてコントローラ 1 7 からの制御信号に基づいて反応容器 1 1 内をパージできるように構成されている。また、加熱炉 1 3 内は冷却水ライン 1 4 が設けられており、加熱炉 1 3 を常に所定温度以下に保持するように構成されている。

【0 0 1 3】

図 2 に示すように、拡散係数の計測に際しては、容器 1 内に組成成分が相異なる 2 つの導電性固体材料 X 及び Y を、これら導電性固体材料の軸方向が重力の方

向と略平行となるように接合した状態で充填し、上部を栓 2 で密閉する。なお、栓 2 の上方には容器 1 に対して熱電対 1 5 を設置固定するためのペースト 3 が設けられている。

【 0 0 1 4 】

図 1 に示すような計測装置を用いた拡散係数の計測は、以下に示すようにして実施する。最初に、反応容器 1 1 内を図示しない真空ポンプで排気した後、超伝導磁石 2 0 から、容器 1、すなわち導電性固体材料 X 及び Y に対して、前記重力方向と略垂直に横方向の静磁場 B を印加する。

【 0 0 1 5 】

次いで、ハロゲンランプ 1 2 に対して電源 1 6 から電力を供給して反応容器 1 1 内に設置された容器 1 を加熱し、充填された導電性固体材料 X 及び Y を加熱溶融する。前述したように、電源 1 6 の出力及び容器 1 内の温度はコントローラ 1 7 で監視及び制御されているので、導電性固体材料 X 及び Y の加熱溶融操作は所望する加熱条件（温度及び時間など）で精度良く実施することができる。

【 0 0 1 6 】

次いで、導電性固体材料 X 及び Y を加熱溶融して得た導電性融液 X' 及び Y' を、前記重力方向と略平行な状態を維持するとともに、静磁場 B を印加した状態において所定時間保持する。

【 0 0 1 7 】

導電性融液 X' 及び Y' は前記保持時間中において相互に拡散するが、上述したように、前記保持時間中において横方向の静磁場 B を印加しているので、導電性融液 X' 及び Y' 中の対流を効果的に抑制することができる。したがって、前記保持時間中において、導電性融液 X' 及び Y' 同士の拡散のみを効率的に行なうことができるようになる。

【 0 0 1 8 】

なお、静磁場 B の大きさは、上述したように導電性融液 X' 及び Y' 中の対流を抑制することができれば特に限定されるものではないが、好ましくは 1 T 以上、さらに好ましくは 4 T ~ 5 T に設定する。これによって、導電性融液中の対流をより効果的に抑制して拡散のみを効率良く行なわせることができるようになる。

【0019】

また、前記保持時間経過後においては、導電性融液X' 及びY' を冷却して固化させ、導電性融液X' 及びY' の拡散を終了させる。導電性融液X' 及びY' は、20℃/分以上の冷却速度において急冷することが好ましい。これによって、導電性融液X' 及びY' 同士の拡散を直ちに終了させることができるようになり、冷却過程における導電性融液X' 及びY' 同士の拡散に起因した計測誤差を効率良く除去することができるようになる。

【0020】

拡散係数の導出は、導電性融液X' 及びY' を固化して得た固溶体中における各成分元素の拡散距離Lを計測し、 $L = (Dt)^{1/2}$ (L: 拡散距離、D: 拡散係数、t: 拡散時間 (本例においては保持時間) なる関係式を用いて行なう。

【0021】

本発明においては、容器1は非導電性容器から構成することが好ましい。これによって、導電性融液X' 及びY' と容器1との間における熱起電力の発生を効果的に抑制することができ、互いに接触する導電性融液X' 及びY' 同士の、熱起電力差に起因した対流の発生を効果的に抑制することができるようになる。

【0022】

非導電性容器は公知の非導電性材料から構成することができるが、強度などにも優れ、安価であるグラファイトから構成することが好ましい。

【0023】

また、図2に示すように、導電性融液X' 及びY' の容器1中における高さをそれぞれh1及びh2とし、導電性融液X' 及びY' の容器1中における幅 (本例においては容器1の幅) をWとした場合において、 $w/h1$ 及び $w/h2$ が $1/5$ 以下、さらには $1/10 \sim 1/5$ となるように設定することが好ましい。このように、前記導電性融液の幅をその高さ (長さ) に対して十分に小さくすることによって、前記導電性融液中における対流をさらに効果的に抑制することができ、前記導電性融液同士の拡散係数をより高精度に計測できるようになる。なお、前記比を $1/5$ 以上にすると、導電性融液の粘度が低い場合においては拡散操

作を効果的に実行できない場合がある。

【0024】

なお、上述したような計測方法及び計測装置を用いて $\text{In}-15\text{at}\%\text{Sn}$ 融液と $\text{In}-25\text{at}\%\text{Sn}$ 融液とを接触させてこれらの拡散係数を導出したところ 900°C で $1.1 \times 10^{-9} \text{ m}^2/\text{s}$ という値が得られ、宇宙実験で求めた拡散係数の値 $1.1 \times 10^{-9} \text{ m}^2/\text{s}$ と極めて良く一致することが確認された。

【0025】

以上、具体例を挙げながら発明の実施の形態に基づいて本発明を詳細に説明してきたが、本発明は上記内容に限定されるものではなく、本発明の範疇を逸脱しない限りにおいてあらゆる変形や変更が可能である。

【0026】

【発明の効果】

以上説明したように、本発明によれば、導電性融液中の拡散係数を高精度に計測することができる方法及び装置を提供することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明の導電性融液中の拡散係数計測装置の一例を概略的に示す構成図である。

【図2】 図1に示す計測装置において導電性融液が充填された容器部分を拡大して示す構成図である。

【符号の説明】

- 1 容器
- 2 栓
- 3 ペースト
- 11 反応容器
- 12 ハロゲンランプ
- 13 加熱炉
- 14 冷却水ライン
- 15 熱電対
- 16 電源

17 コントローラ

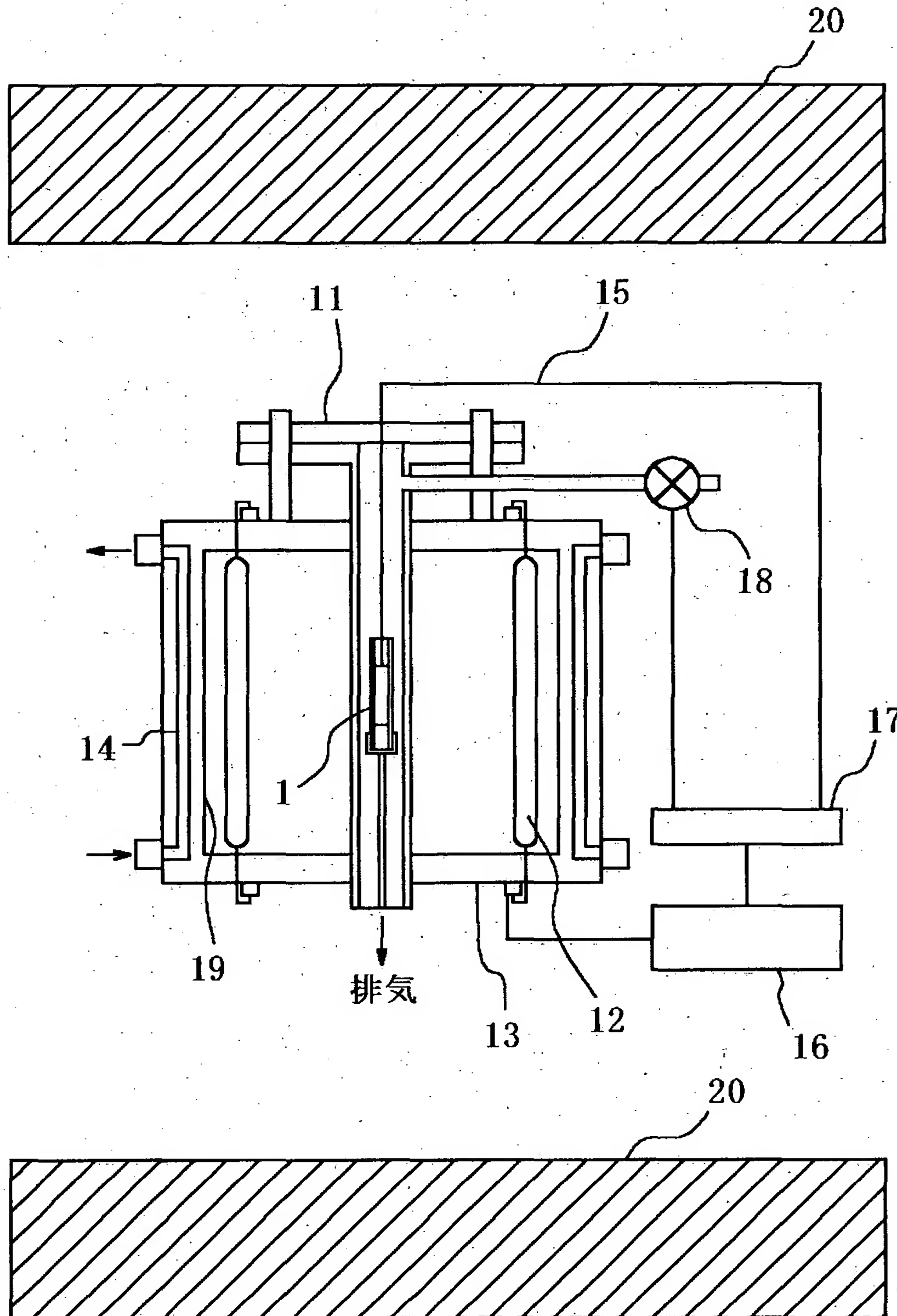
18 バルブ

19 反射板

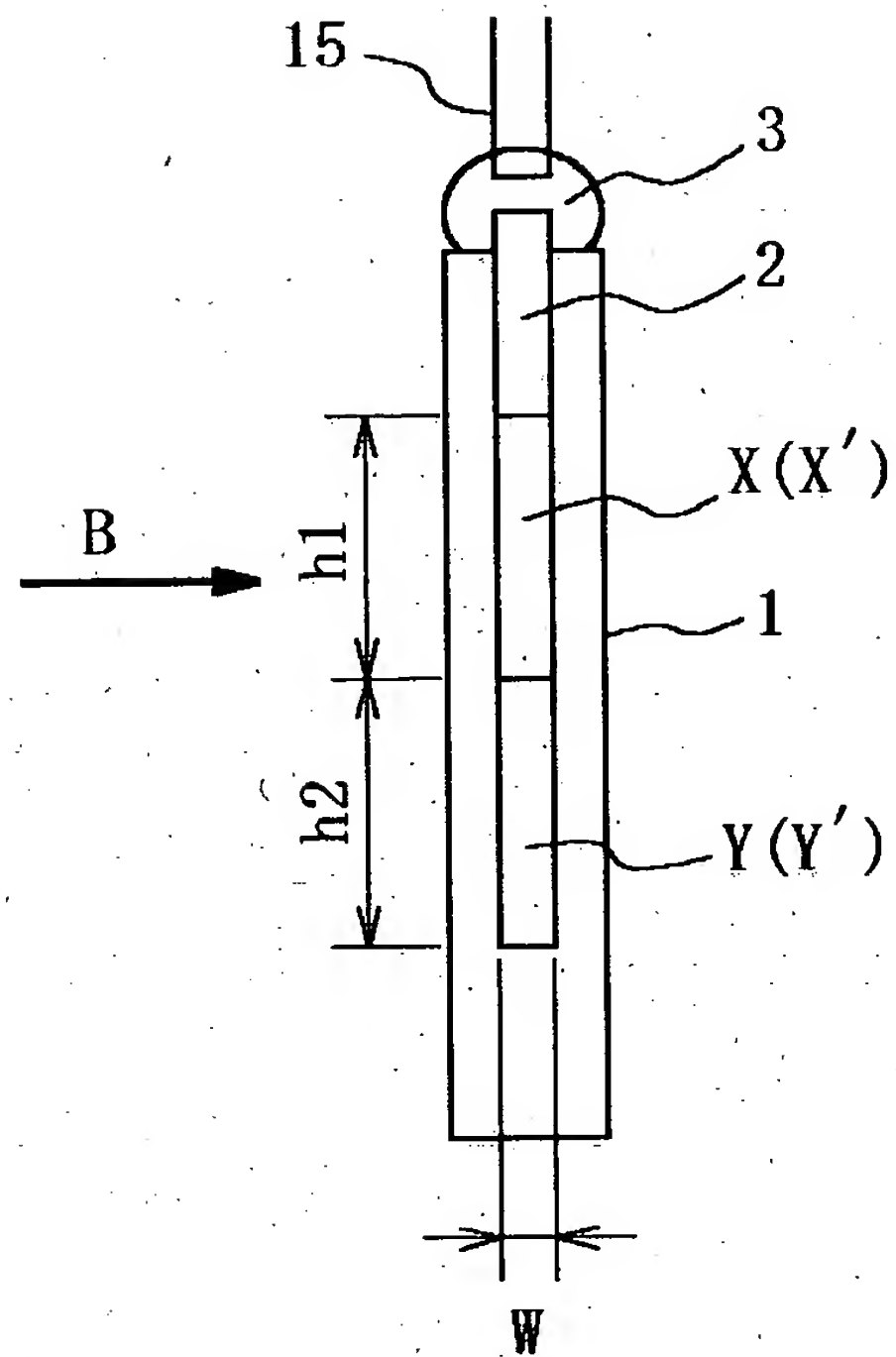
20 超伝導磁石

【書類名】 図面

【図 1】



【図 2】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 導電性融液中の拡散係数を高精度に計測することができる方法及び装置を提供する。

【解決手段】 組成成分が相異なる 2 つの導電性固体材料 X 及び Y を、容器 1 内において、導電性固体材料 X 及び Y の軸方向が重力の方向と略平行となるように接合した状態において保持する。次いで、導電性固体材料 X 及び Y を、前記重力方向と略垂直となるように静磁場 B を印加した状態において加熱溶融して、組成成分が相異なる 2 つの導電性融液 X' 及び Y' を形成する。次いで、2 つの導電性融液 X' 及び Y' を所定時間保持した後において冷却し、固化させる。

【選択図】 図 1

認定・付加情報

特許出願の番号	特願2002-367056
受付番号	50201920100
書類名	特許願
担当官	第一担当上席 0090
作成日	平成15年 2月12日

<認定情報・付加情報>

【特許出願人】

【識別番号】	391012693
【住所又は居所】	神奈川県相模原市由野台3丁目1番1号
【氏名又は名称】	宇宙科学研究所長

【代理人】

申請人

【識別番号】	100072051
【住所又は居所】	東京都千代田区霞が関3-2-4 霞山ビル7階
【氏名又は名称】	杉村 興作

【選任した代理人】

【識別番号】	100059258
【住所又は居所】	東京都千代田区霞が関3-2-4 霞山ビル7階
【氏名又は名称】	杉村 暁秀

出願人履歴情報

識別番号 [391012693]

1. 変更年月日 1991年 1月22日

[変更理由] 新規登録

住 所 神奈川県相模原市由野台3丁目1番1号

氏 名 宇宙科学研究所長